

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
COURBEVOIE

①1 N° de publication : **3 131 920**

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national : **22 00365**

⑤1 Int Cl<sup>8</sup> : **C 08 L 91/00** (2022.01), C 08 L 57/02, 23/08, 33/08,  
E 01 C 7/30, C 04 B 26/06

⑫

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 17.01.22.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 21.07.23 Bulletin 23/29.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

Demande(s) d'extension :

⑦1 Demandeur(s) : EUROVIA Société par actions simpli-  
fiée (SAS) — FR.

⑦2 Inventeur(s) : LEBARBE Thomas, PARISOT Juliette  
et PIERRE Marie-Laure.

⑦3 Titulaire(s) : EUROVIA Société par actions simplifiée  
(SAS).

⑦4 Mandataire(s) : REGIMBEAU.

⑤4 Composition de liant clair et ses applications pour les revêtements routiers et d'aménagement.

⑤7 La présente divulgation concerne le domaine des infrastructures de transport et d'aménagement urbain, en particulier des revêtements clairs ou colorés aux liants clairs. Plus particulièrement, la présente divulgation porte sur une composition de liant clair comprenant un ou plusieurs copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle ayant un indice de fluidité supérieur à 2,5 g/10min et une température de fusion supérieure à 85°C.

FR 3 131 920 - A1



## Description

### **Titre de l'invention : Composition de liant clair et ses applications pour les revêtements routiers et d'aménagement**

#### **DOMAINE DE L'INVENTION**

- [0001] La présente invention concerne le domaine des infrastructures de transport et d'aménagement urbain, en particulier des revêtements clairs ou colorés aux liants clairs. Plus particulièrement, la présente invention porte sur une composition de liant clair comprenant un ou plusieurs copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle ayant un indice de fluidité supérieur à 2,5 g/10min et une température de fusion supérieure à 85°C. L'utilisation de tels copolymères permet l'application des revêtements à température abaissée tout en leur conférant une bonne résistance à la déformation permanente aux températures d'usage.
- [0002] ARRIERE PLAN TECHNOLOGIQUE
- [0003] Les liants bitumineux classiques, utilisés en construction routière, sont de couleur noire et sont donc difficilement colorables. Cette incapacité à colorer les liants bitumineux s'explique par la couleur noire des asphaltènes qui sont des composés intrinsèquement présents dans les bitumes.
- [0004] Les revêtements à base de liants clairs permettent de réaliser des enrobés dont la teinte est celle des matériaux granulaires qui les constituent ou éventuellement une teinte colorée par ajout de pigments. Les utilisateurs des voiries urbaines (piétons, cyclistes, automobilistes) sont particulièrement sensibles à la teinte des revêtements sur lesquels ils circulent. La couleur procure un aspect indispensable à l'intégration harmonieuse des chaussées dans leur environnement mais facilite aussi leur lisibilité. Outre les avantages esthétiques que procurent les liants clairs, ces produits sont également appréciés pour certains emplois particuliers : en revêtements de chaussée de tunnel ou de passage souterrain, ils conduisent à des économies d'éclairage et améliorent la visibilité, donc la sécurité ; en couche de roulement d'ouvrage d'art, ils permettent de diminuer la température atteinte par le revêtement exposé au soleil et ainsi de limiter les contraintes thermiques sur le tablier de l'ouvrage ; enfin, en milieu urbain, ils permettent de limiter la température de surface du revêtement et ainsi contribuent à la lutte contre les îlots de chaleur urbains.
- [0005] Les revêtements clairs ou colorés s'appuient sur l'utilisation de liants d'enrobage synthétiques présentant les mêmes caractéristiques que les bitumes classiques mais sans avoir la couleur noire. Ces liants de synthèse, élaborés à partir de composants d'origine pétrolière, ne comportent pas d'asphaltènes et ont ainsi une apparence claire, translucide, transparente en film mince. Les liants clairs de l'art antérieur sont géné-

ralement constitués d'un mélange d'huiles pétrolières, de résines hydrocarbonées pétrolières et de polymères.

[0006] Cependant, les liants clairs connus de l'homme de l'art doivent être chauffés à des températures comprises entre 150°C et 200°C afin de les mélanger avec des particules solides minérales également chauffées dans cette même gamme de température. La fabrication à ces températures permet une bonne fluidité de la composition et une maniabilité adaptée à l'application mécanisée ou manuelle sur chantier. Cependant, le revêtement appliqué sur chantier est généralement à une température supérieure à 140-150°C ce qui a pour conséquence de générer d'importantes émissions de fumées. En abaissant la température de fabrication, et donc d'application, de ces revêtements clairs, des problèmes importants de maniabilité sont observés. En effet, l'utilisation d'élastomères de type poly(styrène-*b*-butadiène-*b*-styrène) (SBS) ou styrène-éthylène-butylène-styrène (SEBS) dans les liants de l'art antérieur amène un caractère filamenteux des liants lorsque la température descend en-dessous de 120-130°C et que le revêtement est manipulé. Ce caractère filamenteux rend l'application des liants clairs impossible à température abaissée compte-tenu de la diminution rapide de la température du revêtement lors de l'application sur chantier. Le caractère filamenteux signifie que le liant devient plus visqueux et forme des fils entre les particules solides minérales lorsque la composition est manipulée. Cet état filamenteux rend l'application manuelle impossible et peut compromettre la durabilité du revêtement dans le sens où la cohésion du revêtement peut être perturbée du fait d'un compactage ou une mise en place du revêtement insuffisant. Une méthode pour réduire le caractère filamenteux des revêtements aux liants de synthèse clairs consiste à réduire la teneur en élastomère dans la composition du liant. Cependant, cette méthode conduit à une résistance à la déformation permanente qui est fortement impactée. Les revêtements issus de cette méthode ne sont alors plus adaptés pour une utilisation selon une large fenêtre de trafic et de température.

[0007] La demande de brevet EP1481023 décrit une composition de liant clair qui comprend de 0,05 à 3% massique d'un additif de type amide qui permet de diminuer la température de maniabilité du revêtement clair. Cependant, cette demande de brevet mentionne l'usage de polymères tels que des élastomères SBS ou styrène-isoprène-styrène (SIS). Le caractère filamenteux à une température inférieure à 120-130°C n'est donc pas éliminé malgré la diminution de la viscosité dynamique du liant.

[0008] La demande de brevet WO 2017/076814 décrit une composition de liant de synthèse pour la réalisation de revêtements clairs qui comprend une huile pétrolière extraite au solvant, une résine pétrolière, un élastomère SEBS ayant une teneur en styrène de 25-35% et un copolymère d'éthylène et d'acrylate d'éthyle (EEA) ayant une teneur en

acrylate d'éthyle (EA) de 10-25% et un indice de fluidité (MFR ou MFI) de 0,5 g/10mm à 2,5 g/10mm. Cette demande de brevet précise que la teneur en SEBS noté y (%massique) est caractérisée par  $-0,6x + 3,1 \leq y \leq -0,5x + 6,1$  et  $0 \leq y \leq 2,8$  où x est la teneur (% massique) en copolymère EEA. Les copolymères d'éthylène et d'acrylate d'éthyle décrits dans la demande WO 2017/076814 possèdent un indice de fluidité compris entre 0,5 et 2,5 g/10min. L'utilisation de polymères ayant un indice de fluidité aussi bas ne permet pas d'obtenir des valeurs de viscosité dynamique à 150 ou 180°C suffisamment basses pour envisager une application des revêtements clairs à basse température (température inférieure à 140-150°C).

[0009] Il existe donc un besoin pour la mise à disposition de compositions de liants clairs dont la maniabilité, caractérisée par la viscosité dynamique du liant et l'absence de caractère filamenteux, soit adaptée à une application à température abaissée tout en assurant une bonne résistance au trafic des revêtements préparés à partir de telles compositions.

[0010] **BREVE DESCRIPTION DE L'INVENTION**

[0011] La présente invention porte sur une composition de liant clair comprenant un agent plastifiant, un agent structurant et un ou plusieurs copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle ayant un indice de fluidité supérieur à 2,5 g/10min tel que mesuré selon la méthode ISO1133-1 (2011) et une température de fusion supérieure ou égale à 85°C telle que mesurée selon la méthode ISO 11357-3 (2018).

[0012] La présente invention porte également sur des produits routiers et d'aménagement comprenant des particules solides et une telle composition.

[0013] Enfin, la présente invention porte sur l'utilisation d'un copolymère d'éthylène et d'acrylate d'alkyle ayant un indice de fluidité supérieur à 2,5 g/10min tel que mesuré selon la méthode ISO1133-1 (2011) et une température de fusion supérieure ou égale à 85°C telle que mesurée selon la méthode ISO 11357-3 (2018) pour abaisser la température de fabrication et/ou de mise en œuvre des enrobés à chaud, des enrobés tièdes et des asphaltes coulés.

[0014] D'autres aspects de l'invention sont tels que décrits ci-dessous et dans les revendications.

### **DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION**

[0015] Les inventeurs ont mis au point une composition de liant répondant aux besoins exprimés. De façon surprenante, il a été mis en évidence que l'utilisation d'un copolymère d'éthylène et d'acrylate d'alkyle ayant un indice de fluidité supérieur à 2,5 g/10min et une température de fusion supérieure ou égale à 85°C dans une composition de liant clair permet d'obtenir un liant clair présentant des propriétés physico-mécaniques améliorées, notamment du point de vue de la viscosité dynamique entre 100

et 200°C et de la résistance à la déformation permanente. De telles compositions présentent une maniabilité adaptée à une application à température abaissée tout en garantissant une bonne résistance du revêtement produit à partir de telles compositions à la déformation permanente sur sa plage de température de service.

- [0016] La composition de liant clair mise au point par les inventeurs comprend :
- [0017] (a) un agent plastifiant,
- [0018] (b) un agent structurant,
- [0019] (c) un ou plusieurs copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle ayant un indice de fluidité supérieur à 2,5 g/10min et une température de fusion supérieure ou égale à 85°C.
- [0020] L'expression « composition de liant clair » désigne une composition de liant qui est généralement incolore ou de couleur claire (ex. blanche ou beige). Ainsi, la composition est adaptée à la préparation de revêtements clairs ou de revêtements colorables.
- [0021] La composition de liant peut en outre comprendre des additifs communément employés en technique routière, en particulier des agents de coloration.
- [0022] La composition de liant est typiquement dépourvue d'asphaltène. Plus généralement, la composition de liant est typiquement dépourvue de bitume.
- [0023] La composition de liant clair comprend généralement, en poids par rapport au poids total de la composition :
- [0024] (a) de 25 à 85% en poids, de préférence de 50 à 70% en poids d'un agent plastifiant,
- [0025] (b) de 10 à 70% en poids, de préférence de 20 à 40% en poids d'un agent structurant,
- [0026] (c) de 1 à 20% en poids, de préférence de 4 à 12% en poids d'un ou plusieurs copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle ayant un indice de fluidité supérieur à 2,5 g/10min et une température de fusion supérieure ou égale à 85°C, et
- [0027] (d) de 0 à 10% en poids, de préférence de 0,3 à 3% en poids d'additifs communément employés en technique routière.
- [0028] Les composants entrant dans la composition de liant peuvent être tels que décrits ci-dessous.

### **Agent plastifiant**

- [0029] Le terme « agent plastifiant » désigne un constituant chimique permettant de fluidifier et de réduire la viscosité et le module de la composition de liant. Il s'agit typiquement d'une huile. Une large gamme d'huiles dites lubrifiantes peut être utilisée dans la composition de liant selon l'invention. De telles huiles sont bien connues de l'homme du métier.
- [0030] Typiquement, il s'agit d'une huile synthétique pétrolière. Un exemple d'huile synthétique pétrolière adaptée à la mise en œuvre de la présente invention est une huile pétrolière issue d'un procédé d'extraction au solvant du pétrole brut (communément

désigné par l'acronyme RAE pour « Residual Aromatic Extracts »). L'huile obtenue est riche en composés aromatiques et naphthéniques. Le solvant d'extraction est typiquement le phénol, la N-méthylpyrrolidone et le furfural. Dans certains modes de réalisation, l'agent plastifiant est une huile RAE extraite au furfural contenant une teneur totale en composés aromatiques d'au moins 20% en poids, par exemple de 20 à 30% en poids.

[0031] D'autres exemples d'huiles utilisables comme agent plastifiant incluent, sans être limitatifs, les huiles pétrolières de synthèse issues du traitement de distillats du pétrole brut, les huiles de synthèse telles que les poly(alpha oléfines), les huiles d'origine végétale obtenues à partir de végétaux et/ou de plantes de manière directe ou après modification chimique telles que les triglycérides, les esters polyol d'acides gras, les triglycérides oligomérisées/polymérisées.

### **Agent structurant**

[0032] Le terme « agent structurant » désigne tout constituant chimique conférant des propriétés mécaniques et une cohésivité satisfaisante à la composition de liant. Les agents structurants utiles à la préparation de compositions de liant clair sont bien connus de l'homme du métier.

[0033] Dans certains modes de réalisation, l'agent structurant est une résine pétrolière hydrocarbonée, par exemple issue de la copolymérisation de coupes pétrolières aromatiques. Un exemple de ce type de résine est une résine hydrocarbonée obtenue par copolymérisation d'une coupe pétrolière aromatique riche en monomères C9. Une telle coupe est issue du craquage thermique du naphta. Cette coupe pétrolière aromatique riche en monomère C9 est riche en composés tels que les vinyltoluènes, les dicyclopentadiènes, l'indène, le méthylstyrène, le styrène et les méthylindènes.

[0034] D'autres exemples de résines utilisables comme agent structurant incluent, sans être limitatifs, les résines issues de coupes pétrolières aliphatiques C5, les résines issues de coupes pétrolières C5/C9, les résines d'origine végétale (obtenues à partir de végétaux et/ou de plantes) telles que les esters de colophanes ou les résines polyterpéniques ou encore les résines terpènes/phénol.

### **Copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle**

[0035] Le ou les copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle utiles dans le cadre de la présente invention présente un indice de fluidité à chaud supérieur à 2,5 g/10min tel que mesuré selon la méthode ISO1133-1 (2011) (190°C/2,16Kg) et une température de fusion supérieure ou égale à 85°C telle que mesurée selon la méthode ISO 11357-3 (2018).

[0036] Typiquement, l'indice de fluidité à chaud (MFI) des copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle utiles dans le cadre de la présente invention est supérieur à 2,5 et

inférieur ou égal à 700 g/10min, de préférence il varie de 6 à 320 g/10 min, encore plus préférablement de 7 à 200 g/10 min.

- [0037] Les copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle utiles dans le cadre de la présente invention comprennent typiquement de 1 à 40% en poids, préférablement de 10 à 35% en poids, encore plus préférablement de 15 à 30% en poids d'acrylate d'alkyle par rapport au poids total du copolymère.
- [0038] L'acrylate d'alkyle comprend typiquement des groupements alkyles contenant de 1 à 8 atomes de carbone. Des exemples d'acrylate d'alkyle utiles dans le cadre de la présente invention incluent l'acrylate de méthyle, l'acrylate d'éthyle, l'acrylate de butyle ou leurs mélanges.
- [0039] Typiquement, la température de fusion des copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle utiles dans le cadre de la présente invention est inférieure à 110°C. De préférence, la température de fusion des copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle utiles dans le cadre de la présente invention est supérieure ou égale à 90°C, encore plus préférablement supérieure ou égale à 95°C.
- [0040] Les copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle utiles dans le cadre de la présente invention sont préparés par un procédé de copolymérisation radicalaire continue à haute pression dans un réacteur tubulaire (dit « procédé de copolymérisation tubulaire »). Les procédés de copolymérisation tubulaire sont bien connus de l'homme du métier. Par exemple, les copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle utiles dans le cadre de la présente invention peuvent être préparés par un procédé tel que décrit dans WO 2003/051630. Les copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle utiles dans le cadre de la présente invention se distinguent des copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle préparés par un procédé de copolymérisation radicalaire à haute pression dans un réacteur autoclave (dit « procédé de copolymérisation autoclave »).

### **Additifs**

- [0041] Les additifs peuvent être tout additif ou leurs mélanges communément employés en technique routière. Des exemples d'additifs incluent de manière non limitative des cires, des dopes d'adhésion, des agents colorants ou des additifs de maniabilité.
- [0042] *Cires*
- [0043] Les cires peuvent permettre d'améliorer davantage la viscosité dynamique à chaud des compositions de liant sans impacter les propriétés rhéologiques aux températures d'usage des revêtements clairs. Les cires diminuent la viscosité dynamique de la composition de liant à chaud et apportent une remontée en cohésion à la composition lors du refroidissement.
- [0044] Des exemples de cires utiles dans le cadre de la présente invention incluent de manière non limitative les cires végétales (ex. : huile de ricin hydrogénée), les cires synthétiques issues du procédé Fischer-Tropsch, les cires pétrolières microcristallines,

les cires pétrolières de type slack wax, les cires de polyéthylène, les cires issues de la copolymérisation de l'éthylène et d'acétate de vinyle, etc...

[0045] Les cires peuvent être ajoutées, indifféremment dans la composition de liant ou lors de la fabrication de l'enrobé ou de l'asphalte coulé en mélange avec les particules solides minérales (fillers, sables et granulats).

[0046] *Dopes d'adhésion*

[0047] Les dopes d'adhésion permettent d'améliorer l'affinité réciproque entre la composition de liant et les granulats et en assurent la pérennité.

[0048] Des exemples de dopes utiles dans le cadre de la présente invention incluent de manière non limitative des composés tensioactifs azotés dérivés des acides gras (amines, amidoamines, imidazolines), d'acides gras ou d'acides gras polymérisés, d'esters phosphate, d'organosilanes, etc...

[0049] *Agents colorants*

[0050] Les agents colorants peuvent être des pigments minéraux ou des colorants organiques. Les pigments sont sélectionnés suivant la teinte, la couleur souhaitée pour le revêtement. Par exemple, des oxydes métalliques tels que des oxydes de fer, des oxydes de chrome, des oxydes de cobalt, des oxydes de titane peuvent être utilisés pour obtenir les couleurs rouge, jaune, gris, vert, bleu ou blanc.

[0051] Les agents colorants peuvent être ajoutés, indifféremment dans la composition de liant ou lors de la fabrication de l'enrobé ou de l'asphalte coulé en mélange avec les particules solides minérales (fillers, sables et granulats). Les agents colorants peuvent également être ajoutés dans une émulsion comprenant la composition de liant.

[0052] *Additifs de maniabilité*

[0053] Les additifs de maniabilité permettent d'améliorer la maniabilité des compositions destinées à la préparation de produits routiers et d'aménagement. Les additifs de maniabilité peuvent être tels que décrits dans EP 3 612 597 A1.

[0054] Dans certains modes de réalisation, les compositions de la présente invention comprennent une huile synthétique pétrolière RAE en tant qu'agent plastifiant et une résine pétrolière hydrocarbonée issue de la copolymérisation de coupes pétrolières aromatiques riches en monomères C9 en tant qu'agent structurant.

[0055] Les compositions de la présente invention peuvent être préparées par un procédé comprenant les étapes suivantes :

[0056] (a) chauffage de l'agent plastifiant à une température allant de 140 à 200°C, par exemple pendant 10 à 30 min ;

[0057] (b) ajout de l'agent structurant, de préférence graduellement, mélange et chauffage à une température allant de 140 à 200°C, par exemple pendant 30 à 120 min ;

[0058] (c) ajout du copolymère d'éthylène et d'acrylate de butyle, mélange et chauffage à une température allant de 140 à 200°C, par exemple pendant 60 à 120 min ;

- [0059] (d) ajout des éventuels additifs, mélange et chauffage à une température allant de 140 à 200°C, par exemple pendant 5 à 20 min.
- [0060] La présente invention porte également sur un tel procédé.
- [0061] Les étapes du procédé peuvent être réalisées dans l'ordre présenté ou l'ordre de ces étapes peut être différent.
- [0062] Les compositions de la présente invention sont utilisables en substitution des liants à base de bitume pour la préparation d'une grande variété de produits routiers et d'aménagement. Dans la suite, par abus de langage, les produits routiers et d'aménagement obtenus, pourront être désignés collectivement « produits bitumineux » ou individuellement par des dénominations usuelles faisant référence à la présence de bitume. Il est clair que dans de tels « produits bitumineux », le bitume traditionnellement employé est remplacé par une composition selon la présente invention. De tels produits bitumineux sont alors de couleur claire ou sont colorables.
- [0063] Les compositions de la présente invention peuvent être utilisées pour la préparation d'enrobés (enrobés à chaud, enrobés tièdes) et d'asphaltes coulés. La faible viscosité dynamique des compositions de liant de la présente invention permet de préparer et d'appliquer ces produits à des températures inférieures à celles mises en œuvre dans les procédés traditionnels de préparation et d'application. Il a été tout particulièrement mis en évidence que l'utilisation d'un copolymère d'éthylène et d'acrylate d'alkyle tel que précédemment décrit permet d'abaisser la température de fabrication et/ou de mise en œuvre des enrobés à chaud, des enrobés tièdes et des asphaltes coulés. La présente invention porte également sur une telle utilisation.
- [0064] Les compositions de la présente invention peuvent également être utilisées pour la préparation d'émulsions de liant utiles pour la préparation d'enduits superficiels, de matériaux bitumineux coulés à froid, de bétons bitumineux à l'émulsion et grave émulsion. La faible viscosité dynamique des compositions de liant de la présente invention peut permettre de faciliter l'émulsification, tout particulièrement en permettant un meilleur cisaillement et/ou une température de chauffage abaissée.
- [0065] La présente invention porte également sur les produits routiers et d'aménagement préparés au moyen des compositions de la présente invention. De tels produits routiers et d'aménagement (produits bitumineux) sont bien connus en technique routière et peuvent être préparés par des techniques conventionnelles. Par exemple, certains des produits routiers et d'aménagement précédemment cités pourront être préparés selon des méthodes telles que décrites dans WO 2011/151387, EP 0 384 094, EP 0 524 031, EP 0 781 887, EP 0 552 574, FR 2 732 239 ou encore EP 1 668 184. Les produits routiers et d'aménagement répondent typiquement aux normes EN 13108-6 (12/2006), EN 12970 (12/2000), EN 13108-1 (02/2007), EN 13108-2 (12/2006), EN 13108-3 (12/2006), EN 13108-4 (12/2006), EN 13969 (09/2005), EN 13108-5 (12/2006), EN

13108-7 (12/2006) et EN 13108-9 (10/2016).

- [0066] Dans la description faite ci-dessous des produits routiers et d'aménagement (ou produits bitumineux), il est entendu que le terme « liant », lorsque ce dernier est employé, désigne la composition de liant de la présente invention.
- [0067] Le terme « produits routiers et d'aménagement » tel qu'employé ici ou « produit bitumineux » tel qu'employé ici par abus de langage désigne un produit comprenant une composition de liant selon la présente invention et des particules solides, en particulier des particules solides minérales.
- [0068] Le terme "particules solides ", désigne toutes particules solides utilisables pour la réalisation de produits routiers et d'aménagement selon l'invention, notamment pour la construction routière et l'aménagement urbain en revêtements clairs. Des exemples de particules solides incluent les particules solides minérales telles que les granulats minéraux naturels (gravillons, sable, fines), par exemple issus de carrière ou de gravière, les produits de recyclage des revêtements clairs tels que les agrégats d'enrobés clairs, par exemple résultant du recyclage des matériaux récupérés lors de la réfection des revêtements clairs ou des surplus d'usines d'enrobés clairs, les rebuts de fabrication, les granulats provenant du recyclage de matériaux routiers y compris les bétons, les laitiers en particulier les scories, les schistes en particulier la bauxite ou le corindon, les poudrettes de caoutchouc par exemple provenant du recyclage des pneus, les granulats artificiels de toute origine et les granulats provenant par exemple des mâchefers d'incinération des ordures ménagères (MIOM), ainsi que leurs mélanges en toutes proportions.
- [0069] Les particules solides, en particulier les particules solides minérales, par exemple les granulats minéraux naturels, comprennent typiquement des éléments inférieurs à 0,063 mm (filler ou fines), du sable dont les éléments sont compris entre 0,063 mm et 2 mm et des gravillons ou granulats, dont les éléments ont des dimensions comprises entre 2 mm et 6 mm et supérieures à 6 mm.
- [0070] La taille des particules solides, en particulier des particules solides minérales, par exemple les granulats minéraux, est mesurée par les essais décrits dans la norme NF EN 933-2 (07/2020).
- [0071] Les « particules solides minérales » sont également désignées par les termes « fraction minérale 0/D ». Cette fraction minérale 0/D peut être séparée en deux granulométries : la fraction minérale 0/d et la fraction minérale d/D. Les éléments les plus fins (la fraction minérale 0/d) sont ceux compris dans la plage comprise entre 0 et un diamètre maximal que l'on peut fixer entre 2 et 6 mm (de 0/2 à 0/6), avantageusement entre 2 et 4 mm. Les autres éléments (diamètre minimal supérieur à 2, 3, 4, 5 ou 6 mm ; et environ jusqu'à 31,5 mm) constituent la fraction minérale d/D.

### **Enrobés à chaud ou tièdes**

- [0072] Les enrobés à chaud sont typiquement obtenus par mélange à chaud de particules solides telles que décrites ci-dessus (typiquement un mélange de fines, sable et granulats présentant les spécificités décrites ci-dessus) et d'une composition de liant telle que décrite ci-dessus, typiquement dans une usine d'enrobés. Le mélange est ensuite épandu et compacté.
- [0073] Les enrobés à chaud préparés au moyen d'une composition de liant selon la présente invention peuvent être fabriqués à une température de fabrication inférieure à 170°C, de préférence inférieure à 160°C, de manière encore plus préférée à une température allant de 140 à 155 °C (température de mélange ou d'enrobage). Le mélange peut ensuite être épandu à une température de mise en œuvre inférieure à 140-145°C, de préférence inférieure à 130°C (ex. par exemple autour de 100°C, 110°C ou 120°C). De manière avantageuse, le temps de travail peut être allongé sans impacter négativement la compactibilité et la maniabilité du produit.
- [0074] Les enrobés tièdes sont des enrobés mis en œuvre à des températures d'environ 30 à 50°C inférieures aux températures mises en œuvre pour des enrobés hydrocarbonés à chaud.
- [0075] Les enrobés à chaud ou tièdes de l'invention peuvent être fabriqués dans n'importe quelle usine d'enrobés.
- [0076] Les enrobés à chaud ou tièdes comprennent généralement de 4 à 10% en poids de la composition de liant, avantageusement de 4,5 à 6,5% en poids par rapport au poids total du produit formulé (c'est-à-dire par rapport au poids total du mélange comprenant la composition de liant et les particules solides).
- [0077] Les enrobés hydrocarbonés à chaud ou tièdes sont typiquement utilisés pour réaliser des couches et/ou revêtements de construction routière et/ou de génie civil. Ils sont typiquement utilisés pour réaliser des couches de roulement. Les enrobés hydrocarbonés à chaud ou tièdes peuvent être tout particulièrement utilisés pour réaliser des couches de roulement de type bétons bitumineux minces (BBM), bétons bitumineux semi-grenu (BBSG), bétons bitumineux très minces (BBTM), bétons bitumineux ultra minces (BBUM), bétons bitumineux souples (BBS), bétons bitumineux drainants (BBD<sub>r</sub>) ou bétons bitumineux à module élevé (BBME).
- [0078] Les enrobés hydrocarbonés à chaud ou tièdes peuvent être utilisés pour la fabrication d'enrobés stockables.

### **Asphaltes coulés**

- [0079] Les asphaltes coulés désignent des produits obtenus par coulage à chaud d'un mélange comprenant une composition de liant, des fines, du sable, des gravillons et éventuellement de la poudre d'asphalte naturelle. Dans les asphaltes coulés, les vides interstitiels qui peuvent être présents dans les enrobés sont comblés par du sable, des fines et du liant. Les asphaltes coulés peuvent être tout particulièrement utilisés pour

préparer des revêtements de chaussées, de trottoirs ou autres aménagements urbains ou encore pour préparer des couches d'étanchéité d'ouvrages et bâtiments.

- [0080] Les asphaltes coulés préparés au moyen d'une composition de liant selon la présente invention peuvent être fabriqués à une température de fabrication inférieure à 200°C, de préférence inférieure à 180°C, de manière encore plus préférée à une température inférieure à 160 °C (température de mélange ou d'enrobage). Le mélange peut ensuite être coulé à une température de mise en œuvre inférieure à 180°C, par exemple allant de 120°C à 180°C.
- [0081] Les asphaltes coulés comprennent généralement de 5 à 12% en poids de la composition de liant, avantageusement de 7 à 9% en poids par rapport au poids total du produit formulé (c'est-à-dire par rapport au poids total du mélange comprenant la composition de liant et les particules solides).
- [0082] *Emulsions de liant et produits bitumineux préparés au moyen de telles émulsions*
- [0083] Les émulsions de liant sont utilisées de manière courante pour diverses applications routières, où elles peuvent être répandues en présence de granulats pour réaliser des enduits superficiels d'usure.
- [0084] Les émulsions de liants peuvent également être mélangées à des granulats pour obtenir des enrobés à froid, soit juste avant la pose (Matériaux Bitumineux Coulés à froid et recyclage en place), soit en centrales d'enrobage (enrobés stockables, Grave-Emulsion, Bétons Bitumineux à l'Emulsion).
- [0085] Les émulsions de liant sont obtenues par dispersion de gouttelettes de liant dans une phase aqueuse. Les gouttelettes de liant sont stabilisées dans la phase continue par des composés tensioactifs qui peuvent être anioniques, non-ioniques, amphotériques ou cationiques. Les émulsions de liant utilisées dans l'industrie routière sont majoritairement de nature cationique. Ces émulsions sont définies et caractérisées selon différentes normes et spécifications. La norme Européenne EN 13808 : 2013 définit les spécifications techniques des émulsions cationiques de bitume employées dans la construction routière, l'entretien des infrastructures routières, les aéroports et les autres revêtements. Cette norme Européenne s'applique pour les émulsions de bitume, les émulsions de bitume fluxé, les émulsions de bitume modifié aux polymères et les émulsions de bitume fluxé modifié aux polymères, qui incluent également les émulsions de bitume modifiées au latex.
- [0086] Les émulsions de liant selon la présente invention comprennent une composition de liant selon l'invention, de l'eau et un agent tensio-actif, de préférence un agent tensioactif cationique. Les agents tensio-actifs utiles à la préparation d'émulsions de liant sont bien connus de l'homme du métier.

### **Enduits superficiels d'usure**

- [0087] Les enduits superficiels d'usure sont des revêtements superficiels tels que décrits

dans le guide « Enduits Superficiels d'Usure », Institut des Routes, des Rues et des Infrastructures pour la Mobilité, Cerema, Septembre 2017. Typiquement, un enduit superficiel d'usure désigne une couche constituée de couches superposées d'un liant sous forme d'émulsion et de particules solides, en particulier des particules solides minérales. Il est typiquement obtenu en pulvérisant un liant puis en épandant sur ce liant des particules solides minérales, en une ou plusieurs couches. L'ensemble est ensuite compacté.

- [0088] La teneur totale en liant dans un enduit superficiel d'usure est adaptée en fonction de la structure de l'enduit (mono- ou bi-couche, type de gravillonnage), de la nature du liant et de la dimension des particules solides minérales, en particulier des granulats, en suivant par exemple les préconisations du guide « Enduits Superficiels d'Usure », Institut des Routes, des Rues et des Infrastructures pour la Mobilité, Cerema, Septembre 2017.
- [0089] *Bétons bitumineux à l'émulsion (BBE) et graves-émulsions (GE)*
- [0090] Les graves-émulsion (GE) sont employés pour les couches d'assise, de liaison et le reprofilage, les bétons bitumineux à l'émulsion (BBE) pour les couches de roulement.
- [0091] Ces produits, encore appelés enrobés à l'émulsion, sont des enrobés réalisés à froid à partir d'un mélange de particules solides, en particulier des particules solides minérales incluant des granulats, d'un liant en émulsion, typiquement une émulsion cationique, et des additifs. Les granulats peuvent être utilisés sans séchage et chauffage préalable ou subir un pré-laquage partiel à chaud. Il peut parfois être nécessaire de réchauffer l'enrobé obtenu après sa fabrication, lors de sa mise en œuvre.
- [0092] Cette technique, dite technique "à froid", présente au niveau environnemental l'avantage important, de ne pas produire d'émissions de fumées.
- [0093] Les graves-émulsion (GE) et les bétons bitumineux à l'émulsion (BBE) sont tels que décrits dans le guide « Enrobés à l'émulsion fabriqués en usine », Institut des Routes, des Rues et des Infrastructures pour la Mobilité, Cerema, 2020
- [0094] Le liant employé pour la synthèse de bétons bitumineux à l'émulsion est sous la forme de liant en émulsion. La teneur totale en liant anhydre résiduel de l'enrobé à froid est typiquement de 3 à 7 ppc (partie pour cent en poids), avantageusement 3,5 à 5,5 ppc, par rapport au poids des particules solides.
- [0095] Dans l'enrobé à froid, la teneur en liant résiduel est comprise entre 3,5% et 5,5%, avantageusement de 4,5 à 5,5%, en poids par rapport au poids total de la fraction minérale sèche pour les bétons bitumineux à l'émulsion ou avantageusement de 3,5% à 4,5%, en poids par rapport au poids total de la fraction minérale sèche pour une grave-émulsion.
- [0096] Les bétons bitumineux à l'émulsion peuvent être utilisés pour la fabrication d'enrobés stockables.

- [0097] *Matériaux bitumineux coulés à froid (MBCF)*
- [0098] Les matériaux bitumineux coulés à froid sont des enrobés pour couche de surface constitués de particules solides, tels des particules solides minérales, par exemple des granulats, non séchées enrobées à l'émulsion de liant et coulés en place en continu au moyen d'un matériel spécifique.
- [0099] Les Matériaux Bitumineux Coulés à Froid (MBCF) sont tels que décrits dans le guide « Matériaux bitumineux coulés à froid », Institut des Routes, des Rues et des Infrastructures pour la Mobilité, Cerema, 2017.
- [0100] Après sa mise en œuvre et rupture de l'émulsion, ce revêtement coulé à froid en très faible épaisseur (généralement de 6 à 13 mm d'épaisseur par couche) doit atteindre sa consistance définitive (montée en cohésion) très rapidement.
- [0101] Le liant employé pour la fabrication de matériaux bitumineux coulés à froid est sous la forme de liant en émulsion. Dans cette émulsion, la teneur en liant varie avantageusement de 50 à 75% en poids de liant, par rapport au poids total de l'émulsion, plus avantageusement de 55 à 70% en poids, encore plus avantageusement de 60 à 65% en poids.
- [0102] La teneur totale en liant anhydre résiduel du matériau bitumineux coulé à froid est typiquement, de 5,5 à 9 ppc (partie pour cent en poids), avantageusement 6 à 8 ppc, par rapport au poids des particules solides.

## **EXEMPLES**

### **1. Méthodes**

- [0103] 1.1. Préparation d'une composition de liant selon l'invention
- [0104] Une composition de liant selon l'invention (exemple 1) comprend les constituants suivants :
- [0105] - 58,9% massique d'une huile RAE caractérisée par une teneur de 27% en composés aromatiques, 22% en composés naphthéniques et 51% en composés paraffiniques en tant qu'agent plastifiant ;
- [0106] - 34,6% massique d'une résine hydrocarbonée pétrolière issue de monomères C9 en tant qu'agent structurant ;
- [0107] - 6,5% massique par rapport à la masse totale d'huile et de résine d'un copolymère d'éthylène et d'acrylate de butyle possédant un indice de fluidité supérieur à 2,5 g/10min et une température de fusion supérieure à 85°C.
- [0108] La composition de l'exemple 1 est préparé selon le procédé suivant :
- [0109] (i) chauffage de l'huile RAE, par exemple à 170°C ;
- [0110] (ii) ajout progressif de la résine à l'huile et mélange, par exemple pendant 1h à 2h à 170°C avec une vitesse d'agitation de 300 tr/min ;
- [0111] (iii) ajout du copolymère d'éthylène et d'acrylate de butyle au mélange huile/résine

et mélange, par exemple pendant 1h à 2h à 170°C avec une vitesse d'agitation de 650 tr/min ;

[0112] (iv) le cas échéant, ajout d'une dope d'adhésivité sous forme liquide puis mélange, par exemple pendant 15 minutes à 170°C.

[0113] 1.2. Indice de fluidité des copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle

[0114] L'indice de fluidité est mesuré selon la méthode décrite dans la norme ISO1133-1 (2011). Les copolymères sont évalués à une température de 190°C et sous une charge de 2,16kg.

[0115] 1.3. Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille (NF EN 1426 – Janvier 2018)

[0116] Cette méthode d'essai permet la détermination de la consistance des bitumes, des liants bitumineux et des liants hydrocarbonés. La pénétration d'une aiguille de référence dans un échantillon d'essai conditionné est mesurée. Les conditions opératoires qui s'appliquent aux pénétrabilités jusqu'à environ 330 × 0,1 mm, doivent être : température de 25°C, charge appliquée de 100 g et durée d'application de la charge de 5 secondes.

[0117] 1.4. Détermination du point de ramollissement – Méthode Bille et Anneau (NF EN 1427 – Janvier 2018)

[0118] Cette méthode d'essai permet la détermination du point de ramollissement des bitumes, des liants bitumineux et des liants hydrocarbonés, dans la plage des températures de 28°C à 150°C. Deux disques horizontaux de bitume, moulés dans des anneaux de laiton à épaulement, doivent être chauffés dans un bain liquide avec un taux d'élévation de la température contrôlé, alors que chacun soutient une bille d'acier. Le point de ramollissement noté doit correspondre à la moyenne des températures auxquelles les deux disques se ramollissent suffisamment pour permettre à chaque bille, enveloppée de liant bitumineux, de descendre d'une hauteur de (25,0 ± 0,4) mm.

[0119] 1.5. Détermination de la viscosité dynamique des liants bitumineux à l'aide d'un viscosimètre tournant (NF EN 13302 – Juin 2018)

[0120] Cette méthode d'essai permet la détermination de la viscosité dynamique de différents liants bitumineux modifiés et non-modifiés et de liants hydrocarbonés au moyen d'un viscosimètre à mobile tournant (viscosimètre coaxial).

[0121] Le couple appliqué à un mobile tournant (par exemple un cylindre) dans un récipient particulier, qui contient l'échantillon à mesurer, rend compte de la résistance relative du mobile à la rotation et fournit une mesure de la viscosité dynamique de l'échantillon. Les essais sont réalisés de 100 à 180°C en appliquant pour chaque température d'essai, un taux de cisaillement proche entre les différents échantillons.

[0122] 1.6. Essai de fluage-recouvrance sous contraintes répétées :essai MSCR (NF EN 16659 – Février 2016)

[0123] Cette méthode d'essai sert à déterminer l'existence d'une réponse élastique des

bitumes, liant bitumineux et liants hydrocarbonés sous fluage-recouvrance en cisaillement à deux niveaux de contrainte, à une température spécifiée. L'existence de cette réponse élastique est déterminée en mesurant le pourcentage de recouvrance et la complaisance irréversible du liant. Il a été démontré que la complaisance en fluage irréversible est un indicateur de la résistance des liants à la déformation permanente sous contraintes répétées.

[0124] L'essai doit être effectué à 50°C, 60°C, 70°C ou 80°C selon le cas. D'autres températures d'essai peuvent être utilisées à titre comparatif. La préparation des échantillons et l'appareillage sont conformes à l'EN 14770, avec une géométrie de plateaux parallèles de 25 mm et un réglage de l'entrefer de 1mm. L'échantillon est soumis à une contrainte constante pendant 1 seconde, suivie d'une recouvrance pendant 9 secondes. Dix cycles de fluage-recouvrance sont effectués à une contrainte de fluage de 0,100 kPa, suivi par 10 autres cycles à une contrainte de fluage de 3,200 kPa

[0125] 1.7. Evaluation de l'aspect filamenteux des compositions de liant

[0126] Un enrobé à chaud est tout d'abord préparé au moyen de la composition de liant. Pour cela, le mélange ci-dessous est réalisé à une température de 150°C à partir d'une masse totale d'enrobé de 500 g :

[0127] - Granulats 2/6 Lazard : 56,50 % en masse ;

[0128] - Sable 0/4 La Nerthe : 36,30 % en masse ;

[0129] - Filler d'apport (Filler calcaire) : 1,40 % en masse ;

[0130] - Composition de liant : 5,80 % en masse.

[0131] L'enrobé est ensuite placé dans une étuve à 120°C pendant 30 minutes. Au bout de 30 minutes, la température de l'enrobé est contrôlée afin que le mélange soit bien à 120°C puis l'enrobé est manipulé à l'aide d'une spatule. L'opérateur visualise si des filaments sont observés lors de la manipulation de l'enrobé. Si un seul filament est observé, le liant est évalué comme d'aspect filamenteux.

## 2. Exemples

[0132] Dans les exemples suivants, les copolymères d'éthylène et d'acrylate alkyle présentés au tableau 1 ci-dessous ont été évalués.

[0133] [Tableaux1]

Copolymère	EBA1	EBA2	EMA3	EMA4
Référence	Lotryl® 28BA175T <sup>1</sup>	Lotryl® 28BA175 <sup>1</sup>	Lotryl® 24MA07T <sup>1</sup>	Lotryl® 24MA02T <sup>1</sup>
Préparation	Tubulaire	Autoclave	Tubulaire	Tubulaire
Acrylate d'alkyle	Acrylate de butyle		Acrylate de méthyle	
% en poids en acrylate d'alkyle	28%	28%	24%	24%
MFI (190°C / 2.16kg)	175g/10min	175g/10min	7g/10min	2g/10min
Température de fusion	102°C	75 °C	97°C	95°C

[0134] <sup>1</sup> fourni par SK Functional Polymer ;

[0135] Tableau 1 : Copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle

[0136] Les copolymères EBA1 et EMA3 sont des copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle utiles dans le cadre de la présente invention.

[0137] Les copolymères EBA2 et EMA4 sont des copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle présentés à titre de comparaison.

[0138] 2.1. Démonstration de l'importance de la température de fusion du copolymère

[0139] Les compositions de liant suivantes ont été fabriquées et caractérisées afin de démontrer l'importance de la température de fusion du copolymère sur les performances des compositions de liant sur le critère de la résistance à la déformation permanente (tableau 2).

[0140] [Tableaux2]

	INV1	COMP1
Résine C9 (% massique)	34,6	34,6
Huile RAE (% massique)	58,9	58,9
Nature polymère	EBA1	EBA2
Indice de fluidité du copolymère (g/10min) ISO1133-1	175	175
Température de fusion du copolymère (°C) ISO 11357	102	75
Teneur en polymère (% massique)	6,5	6,5
Pénétrabilité à 25°C (1/10 mm) NF EN 1426	52	53
Température Bille-Anneau (°C) NF EN 1427	75,4	53,6
MSCR test - Recouvrance à 3,2kPa @60°C (%) NF EN 16659	28,2	1,7
MSCR test – Complaisance en fluage non récupérable (Jnr) à 3,2kPa (60°C) NF EN 16659	1,2	6,4
Viscosité dynamique (mPa.s) NF EN 13302		
100°C	2931	2900
120°C	903	877
140°C	361	343
160°C	179	163
Aspect du liant à 120°C	Non fi- lamenteux	Non fi- lamenteux

[0141] Tableau 2 : Performances des compositions de liant

[0142] La composition de liant INV1 est une composition selon l'invention : le copolymère utilisé est un copolymère EBA présentant un MFI de 175 g/10min et une température

de fusion de 102°C.

- [0143] La composition de liant COMP1 n'est pas une composition selon l'invention : la température de fusion de l'EBA est de 75°C, donc inférieure à 85°C.
- [0144] En dépit d'une composition équivalente de l'EBA1 et de l'EBA2 (copolymère d'éthylène et d'acrylate de butyle présentant un taux d'acrylate de butyle de 28% et un MFI de 175 g/10min), l'EBA1 présente une température de fusion nettement plus élevée que l'EBA2. Cela s'explique par la nature des procédés de préparation de ces copolymères. L'EBA 1 est préparé selon un procédé de copolymérisation tubulaire, générant ainsi une forte hétérogénéité et donc une température de fusion importante, alors que l'EBA2 est préparé selon un procédé de copolymérisation autoclave, générant un copolymère homogène à faible température de fusion. Les résultats de caractérisation des compositions de liant INV1 et COMP1 montrent que l'hétérogénéité du copolymère est primordiale afin d'obtenir une forte valeur de température bille-anneau et une bonne résistance à la déformation permanente à 60°C comme indiqué par la forte valeur de recouvrance de la composition INV1 et la faible complaisance irréversible de la composition INV1.
- [0145] 2.2. Démonstration de l'importance de l'indice de fluidité du copolymère
- [0146] Les compositions de liant suivantes ont été fabriquées et caractérisées afin de démontrer l'importance de l'indice de fluidité du copolymère sur la diminution de la viscosité dynamique de la composition et donc sur sa faculté à être appliquée à plus faible température sans influence sur la maniabilité du produit à l'application (tableau 3).

[0147] [Tableaux3]

	INV2	COMP2
Résine C9 (% massique)	34,6	34,6
Huile RAE (% massique)	58,9	58,9
Nature polymère	EMA3	EMA4
Indice de fluidité du copolymère (g/10min) ISO1133-1	7	2
Température de fusion du copolymère (°C) ISO 11357	97	95
Teneur en polymère (% massique)	6,5	6,5
Pénétrabilité à 25°C (1/10 mm) NF EN 1426	47	49
Température Bille-Anneau (°C) NF EN 1427	76,2	72
MSCR test - Recouvrance à 3,2kPa @60°C (%) NF EN 16659	50,4	49,4
MSCR test - Complaisance en fluage non récupérable (Jnr) à 3,2kPa (60°C) NF EN 16659	0,8	0,9
Viscosité dynamique (mPa.s) NF EN 13302		
100°C	4535	5575
120°C	1342	1638
140°C	526	636
160°C	244	296
Aspect du liant à 120°C	Non fi- lamenteux	Non fi- lamenteux

[0148] Tableau 3 : Performances des compositions de liant

[0149] La composition de liant INV2 est une composition selon l'invention : le copolymère utilisé est un copolymère EMA présentant un MFI de 7 g/10min et une température de fusion de 97°C. La composition de liant COMP2 n'est pas une composition selon l'invention : l'indice de fluidité de l'EMA est de 2 g/10min, donc inférieur à 2,5 g/m<sup>2</sup>.

- [0150] Malgré la teneur en acrylate de méthyle similaire entre l'EMA3 et de l'EMA4, l'EMA3 présente un indice de fluidité supérieur à l'EMA4. Les résultats de caractérisation des compositions INV2 et COMP2 montrent qu'un indice de fluidité important est primordial pour obtenir une valeur de viscosité dynamique abaissée. En effet, à 100°C, la composition de liant INV2 présente une viscosité dynamique abaissée de 1000 mPa.s par rapport à la composition de liant COMP2.
- [0151] Les exemples des compositions de liant INV3 et INV1 selon l'invention, permettent de démontrer qu'un mode préféré de l'invention consiste à sélectionner des copolymères dont l'indice de fluidité est sensiblement important (tableau 4).

[0152] [Tableaux4]

	INV3	INV1
Résine C9 (% massique)	33,6	34,6
Huile RAE (% massique)	59,9	58,9
Nature polymère	EMA3	EBA1
Indice de fluidité du copolymère (g/10min) ISO1133-1	7	175
Température de fusion du copolymère (°C) ISO 11357	97	102
Teneur en polymère () (% massique)	6,5	6,5
Pénétrabilité à 25°C (1/10 mm) NF EN 1426	55	52
Température Bille-Anneau (°C) NF EN 1427	76,2	75,4
MSCR test - Recouvrance à 3,2kPa @60°C (%) NF EN 16659	38,5	28,2
MSCR test - Complaisance en fluage non récupérable (Jnr) à 3,2kPa (60°C) NF EN 16659	1,2	1,2
Viscosité dynamique (mPa.s) NF EN 13302		
100°C	4020	2931
120°C	1218	903
140°C	481	361
160°C	226	179
Aspect du liant à 120°C	Non fi- lamenteux	Non fi- lamenteux

[0153] Tableau 4 : Performances des compositions de liant

[0154] En effet, les résultats des compositions de liant INV3 et INV1 démontrent qu'à même consistance (valeurs proches de pénétrabilité), l'utilisation de l'EBA1 qui possède un indice de fluidité important (175 g/10min pour EBA1 contre 7 g/10min

pour EMA3) permet d'obtenir une viscosité dynamique sensiblement plus basse à 100°C tout en maintenant une complaisance irréversible équivalente entre les deux liants.

## Revendications

- [Revendication 1] Composition de liant clair comprenant :
- (a) un agent plastifiant,
  - (b) un agent structurant,
  - (c) un ou plusieurs copolymères d'éthylène et d'acrylate d'alkyle ayant un indice de fluidité supérieur à 2,5 g/10min tel que mesuré selon la méthode ISO1133-1 (2011) et une température de fusion supérieure ou égale à 85°C telle que mesurée selon la méthode ISO 11357-3 (2018).
- [Revendication 2] Composition de liant selon la revendication 1 dans laquelle l'agent structurant est une résine pétrolière hydrocarbonée ou une résine d'origine végétale, de préférence une résine pétrolière hydrocarbonée issue de la copolymérisation de coupes pétrolières aromatiques riches en monomères C9.
- [Revendication 3] Composition de liant selon la revendication 1 ou 2 dans laquelle l'agent plastifiant est une huile synthétique pétrolière ou une huile d'origine végétale, de préférence une huile pétrolière issue d'un procédé d'extraction au solvant (RAE).
- [Revendication 4] Composition de liant selon l'une des revendications précédentes dans laquelle le copolymère d'éthylène et d'acrylate d'alkyle comprend de 1 à 40% en poids d'acrylate d'alkyle par rapport au poids total du copolymère.
- [Revendication 5] Composition de liant selon l'une des revendications précédentes dans laquelle l'acrylate d'alkyle est l'acrylate de méthyle, l'acrylate d'éthyle, l'acrylate de butyle ou leurs mélanges.
- [Revendication 6] Composition de liant selon l'une des revendications précédentes comprenant en outre un ou plusieurs additifs communément employés en technique routière.
- [Revendication 7] Composition de liant selon la revendication 6 dans laquelle l'additif comprend au moins un agent de coloration.
- [Revendication 8] Produit routier et d'aménagement comprenant des particules solides et une composition de liant selon l'une des revendications précédentes.
- [Revendication 9] Produit selon la revendication 8 choisi parmi les enrobés à chaud, les enrobés tièdes, les asphaltes coulés, les enduits superficiels, les matériaux bitumineux coulés à froid, les bétons bitumineux à l'émulsion et les graves émulsions.
- [Revendication 10] Utilisation d'un copolymère d'éthylène et d'acrylate d'alkyle ayant un indice de fluidité supérieur à 2,5 g/10min tel que mesuré selon la

méthode ISO1133-1 (2011) et une température de fusion supérieure ou égale à 85°C telle que mesurée selon la méthode ISO 11357-3 (2018) pour abaisser la température de fabrication et/ou de mise en œuvre des enrobés à chaud, des enrobés tièdes et des asphaltes coulés.

**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement  
national

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

**FA 903024**  
**FR 2200365**

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
Y	WO 2010/055491 A1 (TOTAL RAFFINAGE MARKETING; NEUVILLE MATHIEU [FR] ET AL.) 20 mai 2010 (2010-05-20) * le document en entier * -----	1-10	E01C7/30 C08L91/00 C08L57/02 C08L23/08 C08L33/08 C04B26/06
X	WO 2014/174190 A1 (ARKEMA FRANCE [FR]) 30 octobre 2014 (2014-10-30)	10	
Y	* le document en entier * -----	1-10	
T	Songhan: "Arkema Group LOTRYL 17 BA 07 Copolymer Ethylene -Butyl Acrylate", , 5 août 2022 (2022-08-05), XP55949531, Extrait de l'Internet: URL: <a href="http://www.lookpolymers.com/pdf/Arkema-Group-LOTRYL-17-BA-07-Copolymer-Ethylene-Butyl-Acrylate.pdf">http://www.lookpolymers.com/pdf/Arkema-Group-LOTRYL-17-BA-07-Copolymer-Ethylene-Butyl-Acrylate.pdf</a> [extrait le 2022-08-05] * le document en entier * -----		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			C08L C04B E01C
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
8 août 2022		Rouault, Yannick	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date	
autre document de la même catégorie		de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		.....	
		& : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2200365 FA 903024**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.  
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **08-08-2022**  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
<b>WO 2010055491 A1</b>	<b>20-05-2010</b>	<b>CA 2742323 A1</b>	<b>20-05-2010</b>
		<b>EP 2356179 A1</b>	<b>17-08-2011</b>
		<b>FR 2938545 A1</b>	<b>21-05-2010</b>
		<b>FR 2938547 A1</b>	<b>21-05-2010</b>
		<b>RU 2011118994 A</b>	<b>20-12-2012</b>
		<b>US 2011257318 A1</b>	<b>20-10-2011</b>
		<b>WO 2010055491 A1</b>	<b>20-05-2010</b>
-----			
<b>WO 2014174190 A1</b>	<b>30-10-2014</b>	<b>BR 112015026984 A2</b>	<b>25-07-2017</b>
		<b>EP 2989162 A1</b>	<b>02-03-2016</b>
		<b>FR 3005058 A1</b>	<b>31-10-2014</b>
		<b>US 2016102207 A1</b>	<b>14-04-2016</b>
		<b>WO 2014174190 A1</b>	<b>30-10-2014</b>
-----			